

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テーマコード* (参考)
C 0 8 K 9/10		C 0 8 K 9/10	4 D 0 7 5
B 0 5 D 7/14		B 0 5 D 7/14	4 F 1 0 0
B 2 2 F 1/00		B 2 2 F 1/00	F 4 J 0 0 2
B 3 2 B 15/08		B 3 2 B 15/08	4 K 0 1 8
C 0 8 L 91/06		C 0 8 L 91/06	

審査請求 未請求 予備審査請求 有 (全 33 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2000-517018(P2000-517018)	(71) 出願人	ヘガネス・コーポレーション
(86) (22) 出願日	平成10年9月16日 (1998.9.16)		アメリカ合衆国ニュージャージー州08077
(85) 翻訳文提出日	平成12年4月20日 (2000.4.20)		リバートン・リバーロードアンドテイラー
(86) 国際出願番号	P C T / U S 9 8 / 1 9 2 0 0		ズレイン (番地なし)
(87) 国際公開番号	W O 9 9 / 0 2 0 6 8 9	(71) 出願人	アベカ・インコーポレーテッド
(87) 国際公開日	平成11年4月29日 (1999.4.29)		アメリカ合衆国ミネソタ州55125ウッドベ
(31) 優先権主張番号	0 8 / 9 5 5 , 3 8 2		リー・ウッドデイルドライブ2045
(32) 優先日	平成9年10月21日 (1997.10.21)	(72) 発明者	ヘンドリックソン, ウィリアム
(33) 優先権主張国	米国 (US)		アメリカ合衆国ミネソタ州55082ステイル
(81) 指定国	EP (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), AU, BR, CA, CN, JP, KR, MX		ウォーター・ノースフォースストリート 303
		(74) 代理人	弁理士 小田島 平吉

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 結合剤/潤滑剤を含有する改良された冶金用組成物及びその製造方法

## (57) 【要約】

粒子状物質を、低せん断条件でそして好ましくはコーティング材料の融点より低い温度で、コーティングする改良された方法が提供される。一つの態様においては、融点が高い、高分子又はワックス結合剤、好ましくはポリエチレン、によって合金用粉末に結合した金属をベースとする粉末を含有する冶金用組成物が提供される。結合剤は、金属をベースとする粉末及び合金用粉末を、高温で、好ましくは結合剤の融点より低い温度で混合する。結合した冶金用組成物は、圧縮成形法において、焼結して衝撃強度の高い製品が得られる圧縮成型した部品を製造するために使用することができる。

**【特許請求の範囲】**

【請求項 1】 金属をベースとした粉末に結合した合金用粉末を含有する、耐偏析性及び耐粉塵性を有する改良された冶金用組成物であって、

- (a) 主要量の、金属をベースとした粉末；
  - (b) 少量の、少なくとも 1 種の合金用粉末；及び
  - (c) 少量の、金属をベースとした粉末と合金用粉末のための結合剤、ここで該結合剤は、固体であり低融点で軟化点が約 200℃未満の高分子又はワックスである、
- を含んで成る冶金用組成物。

【請求項 2】 結合剤が、ポリエステル、エポキシ、ウレタン、パラフィンワックス、エチレンビスステアルアミド、綿実ワックスを含んで成る請求項 1 に記載の冶金用組成物。

【請求項 3】 結合剤が、重量平均分子量が約 4,000 未満のポリエチレンを含んで成る請求項 1 に記載の冶金用組成物。

【請求項 4】 組成物が、少なくとも 80 重量%の鉄を基とする粉末を含んで成る請求項 3 に記載の冶金用組成物。

【請求項 5】 ポリエチレン結合剤が、重量平均分子量が約 2,000 以下である請求項 4 に記載の冶金用組成物。

【請求項 6】 冶金用組成物が、約 0.25 重量%と約 5 重量%の間の合金用粉末、及び約 0.25 重量%と約 2 重量%の間のポリエチレン結合剤を含んで成る請求項 4 に記載の冶金用組成物。

【請求項 7】 ポリエチレン結合剤が、数平均分子量が約 500 と約 2000 の間である請求項 6 に記載の冶金用組成物。

【請求項 8】 金属をベースとした粉末に結合した合金用粉末を含有する、耐偏析性及び耐粉塵性を有する改良された冶金用組成物であって、

- (a) 主要量の、金属をベースとした粉末；
- (b) 少量の、少なくとも 1 種の合金用粉末；及び
- (c) 少量の、金属をベースとした粉末と合金用粉末のための結合剤、ここで該結合剤は、固体であり低融点であって、重量平均分子量が 3,000 未満の

ポリオレフィン或いは固体の植物油又はその水素化誘導体である、  
を含んで成る冶金用組成物。

【請求項9】 耐偏析性及び耐粉塵性を有する冶金用組成物の製造方法であつて、

(a) 金属をベースとした粉末と少なくとも1種の合金用粉末の混合物を準備し；そして

(b) 該金属をベースとした粉末及び該少なくとも1種の合金用粉末を、

(c) 少量の、固体であり低融点で軟化点が200℃未満の高分子又はワックスである、金属をベースとした粉末と合金用粉末のための結合剤と混合する工程を含んでなり、混合工程が約50℃より高い温度で行われることを特徴とする方法。

【請求項10】 結合剤が、ポリエステル、エポキシ、ウレタン、パラフィンワックス、エチレンビスステアルアミド、又は綿実ワックスを含んで成る請求項9に記載の方法。

【請求項11】 結合剤が、重量平均分子量が約4,000未満のポリエチレンを含んで成る請求項9に記載の方法。

【請求項12】 組成物が、少なくとも80重量%の鉄を基とする粉末を含んで成る請求項11に記載の方法。

【請求項13】 ポリエチレン結合剤が、重量平均分子量が約2,000以下である請求項12に記載の方法。

【請求項14】 冶金用組成物が、約0.25重量%と約5重量%の間の合金用粉末、及び約0.25重量%と約2重量%の間のポリエチレン結合剤を含んで成る請求項12に記載の方法。

【請求項15】 ポリエチレン結合剤が、約500と約2000の間の数平均分子量を有する請求項14に記載の方法。

【請求項16】 金属をベースとした粉末と少なくとも1種の合金用粉末の混合物に、実質的に容量平均粒子サイズが約50ミクロン未満の球状粒子の形態である結合剤を添加する工程を更に含んで成る請求項12に記載の方法。

【請求項17】 混合工程を、結合剤の融点より約3～約30℃低い温度で

行う請求項16に記載の方法。

【請求項18】 結合剤が、分子量が約500と約2000の間であるポリエチレンであり、そして混合工程前のポリエチレンの容量平均粒子サイズが、約1ミクロンと約25ミクロンの間である請求項9に記載の方法。

【請求項19】 耐偏析性及び耐粉塵性を有する改良された冶金用組成物の製造方法であって、

(a) 金属をベースとした粉末と少なくとも1種の合金用粉末の混合物を準備し；そして

(b) 該金属をベースとした粉末及び該少なくとも1種の合金用粉末を、

(c) 少量の、固体であり低融点であって重量平均分子量が3,000未満のポリオレフィン或いは固体の植物油又はその水素化誘導体である、金属をベースとした粉末と合金用粉末のための結合剤とを混合することを含んでなり、混合工程が約50℃より高い温度で行われることを特徴とする方法。

【請求項20】 圧縮成形された金属部品の製造方法であって、

(a) (1) 主要量の、金属をベースとした粉末

(2) 少量の、少なくとも1種の合金用粉末

(3) 少量の、固体であり低融点で軟化点が200℃未満の高分子又はワックスである、金属をベースとした粉末と合金用粉末のための結合剤を含んで成る冶金用組成物を準備し；

(b) 該冶金用組成物を金型中で高温で圧縮して圧縮成形された部品を製造し；そして

(c) 該圧縮成形された部品を焼結することを含んで成る方法。

【請求項21】 結合剤が、重量平均分子量が約4,000未満のポリエチレン；ポリエステル、エポキシ、ウレタン、パラフィンワックス、エチレンビスステアルアミド、又は綿実ワックスを含んで成る請求項20に記載の方法。

【請求項22】 組成物が、少なくとも80重量%の鉄を基とする粉末を含んで成る請求項21に記載の方法。

【請求項23】 結合剤が、重量平均分子量が約500と約2000の間の

ポリエチレンである請求項22に記載の方法。

【請求項24】 コーティングされた粒子の製造方法であって、

(a) 一方向における平均寸法が、10ミクロンと1cmの間である基本粒子を準備し；

(b) その基体粒子を、低融点で軟化点が200℃未満の高分子又はワックス、低融点であって重量平均分子量が3,000未満のポリオレフィン、或いは固体の植物油又はその水素化誘導体を含む、固体のコーティング材料と混合し；そして

(c) そのコーティング材料を基体粒子に、低せん断条件で、少なくとも120°Fであってコーティング材料の融点未満の温度でコーティングすることを含んで成る方法。

【請求項25】 コーティング材料が、ポリエステル、ポリエチレン、エポキシ、又はウレタンである請求項24に記載の方法。

【請求項26】 コーティング材料が、パラフィン、エチレンビスステアルアミド、又は綿実ワックスである請求項24に記載の方法。

【請求項27】 コーティング材料が、平均粒子サイズが少なくとも1次元において100ミクロン未満である請求項24に記載の方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

## 【発明の分野】

本方法は、コーティング方法及びこの方法によって製造された組成物に関する。本発明は、特に、冶金用基鉄組成物に、更に詳細には、部品を成形するために使用される圧縮工程中に潤滑作用をも示す結合剤を含有する冶金用組成物に関する。

## 【0002】

## 【発明の背景】

粒子のコーティングは、粒子及び粒子の表面特性を改質するための重要な方法である。粒子のコーティング方法の例としては、米国特許第2,648,609号、第3,117,027号及び第3,253,944号に、より最近では米国特許第4,731,195号及び第5,085,930号に記載されているWurster法が挙げられ、この方法では、粒子をある方法で流動化し、次いでその流動化された粒子に種々の溶媒に溶解したコーティング材を用いてスプレーコーティングを行うか又はコーティング材を低粘度熔融物として核粒子上にスプレーする。スプレーコーティングは、粒子及びコーティング材を適切な微粒化装置を通すという方法でも行うことができる。この方法の一例は、米国特許第4,675,140号に示されており、その場合コーティング材は熔融した高分子である。興味ある方法が米国特許第5,262,240号に発表されており、そこでは粒子をラテックスと混合し得られた混合物を乾燥することによってコーティングをおこなっている。この方法では、骨材が製造されている。粒子を有機薄膜でコーティングするよく知られた方法では、表面特性を改質するためにオルガノシラン又は過フッ化炭化水素のような界面活性剤を使用することができる。この方法では、粒子を溶液中に浸せきして界面活性剤を粒子と反応させる。米国特許第4,994,326号が、そのような方法とその処理によって得られた材料の一例である。最後に、粒子コーティングの一つの好ましい方法は、タンブル(tumble)混合、即ち、高せん断高温混合である。多くの特許がこの方法について記載している。米国特許第4,233,387号が電子写真のキャリアーを熱可塑性樹

脂で約325°Fで処理する方法が記載されている。次いで、得られた混合物を冷却し、適切なサイズに粉砕して写真複写機においてトナーを仕込むために使用する。米国特許第4,774,139号には、パラフィンを熱可塑性ホットメルト用樹脂にコーティングするための方法が記載されている。米国特許第4,885,175号には、甘味料を溶融したワックスでコーティングし、混合物を冷却し、冷却物を所望のサイズに粉砕する方法が記載されている。最後に、このホットメルト混合方法の一例として、米国特許第4,1356,566号には、鉄粉末を高分子と添加剤でコーティングするにあたり、これらの成分を高せん断ミキサー中で高分子コーティング材の融点より高い温度で混合することによってコーティングを行うことが記載されている。

#### 【0003】

上記の全ての方法において、いくつかの重要な点が欠けている。Wurster系の方法においては、すべて流動化可能な粒子を取り扱っている。典型的には、これは、平均サイズが少なくとも50ミクロンの粒子である。更に、Wurster系の方法においては、コーティングビヒクルとして溶液を使用する場合には、溶媒、即ち、水又は有機溶媒を乾燥によって除去しなければならない。このことは、水溶液の場合は長時間を要することであり、可燃性液体にとっては危険なことである。直接微粒化法においては、コーティングされた粒子とコーティングされていない粒子の分離が困難である。米国特許第4,675,140号には、粒子の分離の方法が記載されているけれども、この技術は、全ての材料に普遍的に適用できるものではない。融点より高い温度で行う高温混合法の適用の障害となる二つの問題がある。第一に、凝集が、この方法の望ましくない副作用である。多くの用途にとって、続く粉砕と分級の工程は、実施が困難であるか又は非常に費用がかかるものとなり得る。第二に、融点より高い温度での工程の運転は、エネルギーコストがより高つく結果となるが、高いコストは常に望ましくないことである。米国特許第5,417,722号には、粒子のコーティングを高分子バインダーの融点未満で行うことができる方法が記載されている。高せん断混合及び高圧というこの方法の条件下で粒子はコーティングされるが、網状のマトリックスが生成する。しかし、種々の組成物にとって、凝集は望ましくないし

、高せん断ミキサーと高圧を使用すると、追加の資本コスト及び運転コストがかかる。米国特許第5, 236, 649号にも粒子のコーティングをコーティング材の融点未満の温度で行うことができることが記載されている。しかし、米国特許第5, 147, 722号にあるように、良好なコーティングを得るためには、高せん断混合が必要である。

#### 【0004】

コーティングされた粒子は、装飾性石工事、油井用のプロポーネント(propone nt)、食品及び製薬工業における味のマスキング、そして粉末冶金工業に使用される。粉末冶金工業は、自動車及び電子工業を含む各種の工業で使用するための種々の形とサイズを持った一体型部品に加工することができる、金属をベースとする粉末組成物、一般的には鉄を基とする粉末を発展させてきた。ベース粉末から部品を製造する一つの加工技術は、粉末を金型のキャビティに仕込みその粉末を高圧で圧縮することである。次いで、得られた生の成形体を金型のキャビティから取り出しそして焼結して最終部品を製造する。

#### 【0005】

金属粉末組成物の圧縮成形及び焼結によって製造された金属部品の工業的な用途は、急速に多くの分野に拡大しつつある。これらの部品を金属粉末組成物から製造すると、製造工程に溶融合金を使用しなければならないことに比較して実質的な利益が得られる。例えば、金属粉末組成物から製造する場合は、高圧圧縮金型機械と焼結炉があれば製造工程が進行する。別の部品は、単に圧縮金型を置き換えることによって製造することができる。更に、溶融した合金を取り扱う必要がない。

#### 【0006】

そのような部品の製造において、鉄又は鋼の粒子状粉末を、これも粒子状の少なくとも1種の他の合金元素と混合する。これらの合金元素によって、最終焼結部品の強度が高くなり、他の力学的特性が向上する。合金元素は、通常、粒子のサイズ、形、及び密度において、ベースの鉄又は鋼粉末とは異なる。例えば、鉄を基とする粉末の平均粒子サイズは、通常、約70～100ミクロン又はそれより大きく、一方大部分の合金成分の平均粒子サイズは、約20ミクロン未満であ



り、より屢々約15ミクロン未満であり、そしてある場合には、約5ミクロン未満である。合金用粉末は、焼結操作中に固体状態での拡散による合金成分の急速な均一化を促進するために、意図的にそのような微粉化した状態で使用される。

#### 【0007】

異なった粒子サイズの方法が存在すると、移送、貯蔵及び使用に際して偏析及びダスティングのような問題が起こる。鉄及び合金元素粉末は、最初に混合して均一な粉末にする。貯蔵及び移送中の粉末混合物を取り扱うダイナミックスによって、より小さい合金化用粉末粒子が鉄を基とする粉末のマトリックスの隙間を通して移動しその結果混合物の均一性が失われ、偏析が起こる。一方、取り扱いの結果として粉末マトリックスの内部に生じる空気流がより小さい合金化用粉末粒子を、特に粒子が鉄粉末より密度が小さい場合、上方に移動させる可能性がある。これらの浮力が十分に大きいと合金用粉末粒子のある部分が、ダスティングとして知られる現象で、その混合物を完全に抜け出し、その合金元素の濃度が低下する結果となる。

#### 【0008】

種々の有機結合剤が、より微細な合金化用粉体をより粗い鉄基粒子に結合又は「付着」させて、高温で圧縮成形されるべき粉体の偏析及びダスティングを防止するために使用されてきた。例えば、Engstromに与えられた米国特許第4,483,905号は、「粘着性のある、又は油質の物質」と幅広く記述している結合剤を粉体組成物の約1重量%までの量で使用することを開示している。Engstromに与えられた米国特許第4,676,831号には、結合剤としてある種のトール油の使用が記載されている。また、Semelに与えられた米国特許第4,834,800号には、結合剤として、水に不溶もしくは実質的に不溶なある種のフィルム形成性高分子樹脂の使用が記載されている。

#### 【0009】

特許文献には種々のその他の結合剤が記載されている。分子量が少なくとも7000のポリエチレンオキシドが米国特許第5,298,055号に結合剤として開示されている。2塩基有機酸と固体ポリエーテル、液体ポリエーテル及びアクリル系樹脂のような1種以上の追加成分との組み合わせが、米国特許第5,2

90, 336号に開示されている。高温圧縮成型用潤滑剤と共に使用することができる結合剤が米国特許第5, 368, 630号に記載されている。

【0010】

米国特許第5, 480, 469号（「469特許」）には、粉末冶金工業における結合剤の使用についての短い総説が掲載されている。469特許には、金型の内部の粉末組成物が適切な圧縮性を持ちそして金型から部品を取り除くのに要する力を小さくするためには、合金化用粉末が結合剤によって鉄を基とする粉末に固着しているだけでなく、潤滑剤が存在している粉体組成物であることが重要であると記載されている。469特許には、結合剤を金属石鹼のような潤滑剤粉末と組み合わせて、鉄を基とする粉末及び合金用粉末と混合して使用することを開示している種々の文献について議論されている。この混合物は、ついで加熱し混合して、結合剤と潤滑剤を溶解し合金粉末を鉄を基とする粉末に接着させる。ついでこの混合物を冷却して最終組成物を製造する。469特許には、この種類の技術の改良であって、結合剤としてジアミンワックスを使用し金属石鹼潤滑剤を必要としない技術が開示されている。

【0011】

結合剤の存在は、粉末冶金組成物の圧縮性に悪影響を及ぼしてはならない。粉体混合物の「圧縮性」は、種々の圧縮成形条件下でのその性能の目安である。粉末冶金の技術分野では、一般的に、粉末組成物を金型中で大きな圧力で圧縮成形し、圧縮成形された「未焼結」部品を、金型から取り出し、焼結する。この技術分野では、この「未焼結」部品の密度とそして、通常、強度が、直接圧縮成型圧力に応じて変化すると認識されている。「圧縮性」に関しては、ある粉末組成物が、一定の圧縮成型圧力でより高い未焼結密度に圧縮することができる場合に、或いはまた、ある特定の未焼結密度を達成するために必要な圧縮成型圧力がより低い場合に、その組成物は他の組成物より圧縮性が良好であると表現される。もし結合剤が良好な「内部」潤滑特性を有する場合には、その結合剤は粉末組成物の圧縮性を高め、その結果、一定の圧縮成型圧力でより高い未焼結密度が得られる。

【0012】

従って、種々の粒子をコーティングする、簡単で費用のかからない方法を提供できるコーティング方法が求められている。粉末冶金工業では、金属をベースとする粉末に付着した合金用粉末を含有し、溶媒を使用しない方法で製造できる冶金用組成物が特に求められている。その冶金用組成物で使用される結合剤は、合金化用粉末のダスティング及び／又は偏析の量を減少させ、同時に組成物の圧縮性に悪影響を及ぼさないように作用するべきである。

#### 【0013】

##### 【発明の概要】

本発明は、凝集していないコーティングされた粒子を製造するための、低せん断低温法を使用する、粒子コーティングのための改良された方法を提供する。一つの態様において本発明は、少量の、少なくとも1種の合金用粉末に結合した、主要量の、金属をベースとする粉末を含有する改良された粉末冶金用組成物を提供する。

#### 【0014】

本発明に従ってコーティングすることができる粒子状粉末の例としては、鉄、銅、ニッケル、コバルト、クロム、アルミニウム、亜鉛、シリコン、マンガン、銀、金、白金、パラジウム、チタン、それらの合金、及びそれらの混合物、のような金属粉末、アルミナ、シリカ及びチタニアのような無機酸化物、通常の食卓塩、過酸化物漂白剤、バスソルト、塩化カルシウム及び無機の肥料例えばカリ塩のような無機化合物、及び固体有機化合物、例えば高分子、酸及び塩基が挙げられる。その核粒子は、ビーズ、フレーク、繊維及び針状粒子のようないかなる形をしていてもよく、少なくとも1次元のサイズが、数平均で、10ミクロン～1cmの範囲であり、好ましくは20ミクロン～0.75cmの範囲であり、最も好ましくは25～10,000ミクロンの範囲である。

#### 【0015】

コーティング材、本明細書では特に粉末冶金用組成物に関しては、結合剤又は結合材とも呼ぶが、は、融点の低い固体の高分子又はワックス、例えば軟化点が200℃(390°F)未満、好ましくは150℃(300°F)未満、そしてより好ましくは65～95℃(150～250°F)である高分子又はワックス

であることができる。固体高分子結合剤の例としては、ポリエステル、ポリエチレン、エポキシ及びウレタンが挙げられる。ワックスの例としては、パラフィン、エチレンビスステアルアミド、及び綿実ワックスが挙げられる。固体結合剤はまた、重量平均分子量が3,000未満のポリオレフィン、並びにC<sub>14-24</sub>アルキル部分を有するトリグリセリド及びその水素化誘導体を含む誘導体である水素化された植物油、例えば綿実油、大豆油、ホホバ油及びそれらの混合物であることもできる。固体コーティング材は、平均粒子サイズが少なくとも1次元で200又は100ミクロン未満、そして好ましくは0.01ミクロンと50ミクロンの間の範囲内、より好ましくは0.01ミクロンと20ミクロンの間の範囲内になるように微粒子化することが好ましい。

#### 【0016】

本発明のコーティング法は、結合剤のための溶媒を必要としない「乾式」結合方法であることができる。使用される方法では、好ましい粒子サイズ範囲にある適切な結合剤を核粒子、及び合金用粒子又は添加剤と周囲温度又は高温で混合する。次いで、その混合物を低せん断条件下で通常の攪拌機を用いてゆっくり攪拌する。混合物は、少なくとも120°F (49℃) にそして好ましくは結合剤の融点未満の温度に加熱し、混合し、次いで冷却して最終製品を得るのが好ましい。

#### 【0017】

本発明の粉末冶金用組成物は、金属をベースとする粉末と合金用粉末とを周囲温度又は高温で混合しそして結合剤をそれらの粉末と周囲温度又は高温で混合することによって製造される。混合工程中結合剤は、金属をベースとする粉末及び合金化用粉末と少なくとも約120°F (49℃) で接触している。次いでこの混合した組成物を周囲条件まで冷却することができる。混合工程は、結合剤の融点未満のバルク粉末温度で行われるのが好ましい。

#### 【0018】

粉末冶金用途のための好ましい結合剤は、ポリエチレンワックスである。ポリエチレンワックスは、金属をベースとする粉末と合金用粉末の混合物の中へ固体状態で添加するのが好ましい。固体状態で添加するのであれば、球体、繊維状、

又はフレークのような種々な形態で 사용할 ことができる。特に有利な結果が、ポリエチレンワックスを平均粒子サイズが約50ミクロン未満、好ましくは約30ミクロン未満の球形の形で使用することによって得られる。

#### 【0019】

##### 【発明の詳細な記述】

本発明は、コーティングされた粒子の製造のための改良された方法、改良された冶金用粉末組成物、それらの組成物の製造方法、及び圧縮成形された部品を製造するためのそれらの組成物の使用方法に関する。粉末冶金用組成物は、少なくとも1種の合金用粉末と混合した、金属をベースとする粉末、好ましくは、鉄基金属粉末、及び、合金用粉末を金属をベースとする粉末に接着するための結合剤を含んで成っている。粉末冶金用途のための好ましい結合剤は、重量平均分子量が約4,000未満のポリエチレンワックスであり、より好ましくは約2,000未満のポリエチレンワックスである。ポリエチレンワックスを冶金用粉末組成物のための結合剤として使用すると優れた耐ダスティング／偏析性が得られ、そして同時に未焼結圧縮成形体の改良された強度と排出(ejection)性能が得られることが見出された。

#### 【0020】

本発明に従って、コーティングを行うことができる粒子の例として、鉄、銅、ニッケル、コバルト、クロム、アルミニウム、亜鉛、シリコン、マンガン、銀、金、白金、パラジウム、チタン、それらの合金、及びそれらの混合物、のような金属粉末、アルミナ、シリカ及びチタニアのような無機酸化物、通常の食卓塩、過酸化物漂白剤、バスソルト、塩化カルシウム及び無機の肥料例えばカリ塩のような無機化合物、及び固体有機化合物、例えば高分子、酸及び塩基が挙げられる。その核粒子は、ビーズ、フレーク、繊維及び針状粒子のようないかなる形をしていてもよく、少なくとも1次元のサイズが、数平均で、10ミクロン～1cmの範囲であり、好ましくは20ミクロン～0.75cmの範囲であり、最も好ましくは25～10,000ミクロンの範囲である。

#### 【0021】

本発明の粉末冶金用組成物は、粉末冶金工業で一般的に使用される種類の金属

粉末を含んで成っている。金属粉末は、粉末冶金用組成物の大部分を、一般的には少なくとも組成物の約80重量%、好ましくは少なくとも組成物の約90重量%、より好ましくは少なくとも組成物の約95重量%を構成する。

#### 【0022】

「鉄を基とする」粉末の例としては、その用語が本明細書で使用される場合には、実質的に純粋な鉄の粉末、最終製品の強度、硬化性、電磁氣的性質又はその他の望ましい性質を向上させる他の元素（例えば鋼を生成させる元素）で予合金化された (pre-alloyed) 鉄の粉末、及び上記の他金属が拡散接合している鉄の粉末を挙げることができる。

#### 【0023】

本発明において使用することができる実質的に純粋な鉄の粉末は、通常の不純物の含量が約1.0重量%以下、好ましくは約0.5重量%以下の鉄の粉末である。そのような高圧縮性の冶金グレードの鉄粉末の例は、Hoeganaes Corporation, Riverion, New Jersey から入手できるANCORSTEEL1000シリーズの純鉄粉末、例えば、1000、1000B、及び1000Cである。例えば、ANCORSTEEL1000鉄粉末は、典型的には、No. 325篩 (U. S. シリーズ) 以下の粒子が約22重量%、No. 100篩より大きい粒子が約10重量%、そして残余がこの2種のサイズの間である (No. 60篩より大きい粒子は極少量) 粒子サイズ分布を有している。ANCORSTEEL1000粉末の見掛けの密度は、約2.85~3.00 g/cm<sup>3</sup>であり、典型的には2.94 g/cm<sup>3</sup>である。本発明において使用することができる他の鉄粉末は、HoeganaesのANCORM H-100粉末のような典型的なスポンジ鉄粉末である。

#### 【0024】

鉄を基とする粉末は、最終金属部品の力学的な又はその他の性質を向上させる1種以上の合金元素を取り入れることができる。そのような鉄を基とする粉末は、1種以上のそのような元素で予合金化されている、鉄、好ましくは実質的に純粋な鉄の粉末であることができる。予合金化粉末は、鉄と所望の合金元素の熔融体を製造し、次いでその熔融体を微粒子化し、その際微粒子化された小液滴が固

化して粉末を形成することによって製造することができる。

【0025】

鉄粉末と予合金化することができる合金元素の例としては、それに限定されるものではないが、モリブデン、マンガン、マグネシウム、クロム、ケイ素、銅、ニッケル、金、バナジウム、コランビウム（ニオブ）、黒鉛、リン、アルミニウム、及びそれらの組み合わせが挙げられる。組み込まれる合金元素の量は、最終金属部品において望まれる性質に依存する。そのような合金元素を取り入れて予合金化した鉄粉末は、Hoeganaes Corp. からそのANCORSTEELラインの粉末の一部として入手できる。

【0026】

鉄を基とする粉末のもう一つの例は、1種以上の、鋼を生成させる元素のような他の金属の層又は被膜が実質的に純粋な鉄の粒子の外面の中へと拡散してなる、拡散接合した鉄を基とする粉末である。そのような粉末で市販されている粉末の例として、ニッケル約1.8%、モリブデン約0.55%、銅約1.6%を含有する、Hoeganaes CorporationからのDISTAROY 4600A拡散接合粉末、及び、ニッケル約4.05%、モリブデン約0.55%、銅約1.6%を含有する、Hoeganaes CorporationからのDISTAROY 4800A拡散接合粉末が挙げられる。

【0027】

好ましい鉄を基とする粉末は、モリブデン（Mo）で予合金化した鉄の粉末である。その粉末は、Mo約0.5～約2.5重量%を含有する実質的に純粋な鉄の溶融体を微粒子化することによって製造される。そのような粉末の一例は、Mo約0.85重量%、マンガン、クロム、シリコン、銅、ニッケル、モリブデン又はアルミニウムのような他の物質合計で約0.4重量%未満、及び炭素約0.02重量%を含有する、HoeganaesのANCORSTEEL 85HP鋼粉末である。そのような粉末のもう一つの例は、モリブデン約0.5～0.6重量%、ニッケル約1.5～2.0重量%、マンガン約0.1～0.25重量%、及び炭素約0.02重量%未満を含有するHoeganaesのANCORSTEEL 4600V鋼粉末である。

## 【0028】

本発明において使用することができる他の予合金化した鉄を基とする粉末は、「異なった鉄合金の予合金化した粉末を有する鋼粉末混合物」という名称の米国特許第5, 108, 493号に記載されており、この特許は、その全文が本明細書に組み込まれるものとする。この鋼粉末組成物は、一方はモリブデン0.5～2.5重量%を有する鉄の予合金であり、他方はカーボン及び少なくとも約25重量%の、クロム、マンガン、バナジウム、及びコランビウムから成る群から選ばれる少なくとも1種の元素を含んで成る遷移元素成分を有する鉄の予合金である、二つの異なった予合金化した鉄を基とする粉末の混合物である。混合は遷移元素成分が鋼粉末組成物に対して少なくとも約0.05重量%になるような割合で行われる。そのような粉末の一例が、モリブデン約0.85重量%、ニッケル約1重量%、マンガン約0.9重量%、クロム約0.75重量%及び炭素約0.5重量%未満を含有するHoeganaesのANCORSTEEL 41AB鋼粉末として市販されている。

## 【0029】

本発明の実施に有用な他の鉄を基とする粉末は、強磁性粉末である。一例は、少量のリンで予合金化した鉄の粉末である。

## 【0030】

本発明の実施に有用な鉄を基とする粉末の例としてはまた、ステンレス鋼粉末も挙げられる。これらのステンレス鋼粉末は、ANCOR（登録商標）303L、304L、316L、410L、430L、434L、及び409Cb粉末のようなHoeganaes ANCOR（登録商標）シリーズにおける種々のグレードで市販されている。

## 【0031】

鉄又は予合金化した鉄の粒子の重量平均粒子サイズは、1ミクロン以下と小さくてもよいし、また約850～1,000ミクロン迄あり得るが一般的には、粒子の重量平均粒子サイズは、約10～500ミクロンの範囲である。重量平均粒子サイズが最大約350ミクロン迄である鉄又は予合金化した鉄の粒子が好ましく、より好ましくは粒子の重量平均粒子サイズは約25～150ミクロンの範囲



であり、最も好ましくは80～150ミクロンである。

#### 【0032】

本発明において使用される金属粉末の例として、ニッケルを基とする粉末を挙げることができる。「ニッケル基」粉末の例としては、その用語が本明細書で使用される場合には、実質的に純粋なニッケルの粉末、最終製品の強度、硬化性、電磁氣的性質又はその他の望ましい性質を向上させる他の元素で予合金化されたニッケルの粉末、及び上記の他金属が拡散接合しているニッケルの粉末を挙げることができる。ニッケル基粉末は、先に鉄を基とする粉末について述べた合金用粉末のいずれとも混合することができる。ニッケル基粉末の例として、N-70/30Cu、N-80/20、及びN-20のようなHoeganaes AN CORSPRAY（登録商標）粉末として市販されている粉末が挙げられる。

#### 【0033】

金属をベースとする粉末としては、上記した金属をベースとする粉末のいずれの組み合わせをも使用することができる。

#### 【0034】

本発明の冶金用粉末組成物は、少量の、少なくとも1種の合金用粉末をも含有する。本明細書で使用される「合金用粉末」とは、焼結の際に金属をベースとする粉末と合金化することができる物質を云う。上記した種類の金属をベースとする粉末と混合することができる合金用粉末は、最終焼結製品の強度、硬化性、電磁氣的性質又はその他の望ましい性質を向上させると冶金技術分野で知られている粉末である。鋼を生成させる元素は、これらの物質の内最もよく知られている物質の一つである。合金用物質の具体的な例として、それに限定されるものではないが、モリブデン、マンガン、クロム、ケイ素、銅、ニッケル、スズ、バナジウム、コランビウム（ニオブ）、冶金用炭素（黒鉛）、リン、アルミニウム、硫黄及びそれらの組み合わせが挙げられる。その他の適切な合金用物質は、銅のスズ又はリンとの2元合金；マンガン、クロム、ホウ素、リン、又はケイ素の鉄合金；炭素と、鉄、バナジウム、マンガン、クロム、及びモリブデンの内2種又は3種との3元又は4元の共晶；タングステン又はケイ素の炭化物；窒化ケイ素；及びマンガン又はモリブデンの硫化物である。

## 【0035】

合金用粉末は、一般的にはそれと混合される金属粉末より微細なサイズの粒子状である。その合金用粒子は、通常重量平均粒子サイズが約100ミクロン未満であり、好ましくは約75ミクロン未満、より好ましくは約30ミクロン未満、そして最も好ましくは約5～20ミクロンの範囲である。組成物中に存在する合金用粉末の量は、最終の焼結された部品の所望の性質に依存する。その量は、ある特別の粉末については10～15重量%と多い場合もあり得るけれども、通常は少量であって、全粉末組成物重量基準で約5重量%迄である。大部分の用途に適切な、好ましい範囲は、全粉末組成物の約0.25～4.0重量%である。

## 【0036】

本発明の結合剤は、固体の低融点の、軟化点が約200℃(390°F)未満、好ましくは約150℃(300°F)未満、より好ましくは50～110℃(125～225°F)そして更に好ましくは65～95℃(150～200°F)である高分子又はワックスを包含することができる。高分子結合剤の例としては、ポリエステル、ポリエチレン、エポキシ及びウレタンが挙げられる。ワックスの例としては、パラフィン、エチレンビスステアルアミド(ACRAWAX)、及び綿実ワックスが挙げられる。結合剤はまた、重量平均分子量が3,000未満のポリオレフィン、並びに一般的にC<sub>14-24</sub>側鎖を有するトリグリセリドとして記述され得る固体の水素化された植物油及びその水素化誘導体を含む誘導体、例えば綿実油、大豆油、ホホバ油及びそれらの混合物を包含することもできる。

## 【0037】

結合剤は、平均粒子サイズが少なくとも1次元で200未満好ましくは100ミクロン未満、そして好ましくは0.01ミクロンと50ミクロンの間の範囲内、より好ましくは0.01ミクロンと20ミクロンの間の範囲内になるように微粒子化することが好ましい。それ故、球状、細いビーズ状、フレーク状又は繊維状の粒子が好ましい。小さい粒子サイズの結合材を製造する方法の例として、すりつぶし、粉碎、スプレー乾燥、溶融噴霧、押出し、削り、及び直接反応が挙げられる。上記のサイズ範囲の結合材を製造するためには溶融噴霧法を使用するの

が最も好ましい。結合材には、必要に応じて、顔料、他の金属、塩のような無機化合物、黒鉛又はカーボンブラック、アルミン酸塩、シリカ、及びチタニアのような無機化合物のような追加の添加物を添加することができる。

#### 【0038】

特に粉末冶金用途のための、本発明の好ましい結合剤は、重量平均分子量が約4,000未満の好ましくは約2,000以下の、そして一般的には約100～約4,000のそしてより好ましくは約500～2,000の固体ポリエチレンワックスである。適切なポリエチレンワックスは、Petrofile Specialty Polymer Groupから、Polywax 500及びPolywax 2000のようなPolywaxシリーズとして市販されている。ポリエチレンワックスは、熔融粘度が1～約500 cpsの範囲であることが好ましく、より好ましくは約3 cpsと約50 cpsの間である。そのポリエチレンの融点は、50℃と200℃の間であることが好ましく、より好ましくは75℃と130℃の間である

ポリエチレンワックスのような粉末冶金用途のための結合剤の好ましい平均粒子サイズは、混合工程中の結合剤と鉄及び合金用粉末との間の接触を助けるためには、約1と約50ミクロンの間であり、更により好ましくは約1と約25ミクロンの間である。上記の範囲のサイズを有する球状の粒子を使用することができるが、十分な結合を確保するためには、混合工程の温度を高めるべきである。粒状の結合剤が球状でない場合には、粒子の少なくとも1次元が、球状の粒子に関して上に述べた範囲内である。結合剤の粒子サイズはレーザー回折技術のような方法によって測定することができる。結合剤の粒子サイズは、工業界で一般に知られている噴霧技術によって上記の範囲に微小化することができる。冶金用粉末組成物は、種々の混合技術によって製造することができる。全ての技術に共通しているのは、高分子又はワックスの結合剤と金属をベースとする粉末及び合金用粉末との混合は、少なくとも約27℃の、好ましくは少なくとも約50℃の、一般的には約50℃と約190℃の間の、より好ましくは約65℃と約90℃の間の粉末混合温度で行われることである。

#### 【0039】

ある状況においては、そして特に、固体のフレーク状の又は小さい粒子サイズの球状の結合剤を使用する場合には、未焼結圧縮成形体の性質を向上させ、そして金型キャビティから成形体を取り出すのに必要な排出力を小さくするために、結合剤と金属をベースとする粉末及び合金用粉末とを結合剤の融点未満の温度で混合することが好ましい。従って、ある状況においては、結合剤と金属をベースとする粉末及び合金用粉末とを、結合剤の融点より約3～35℃、好ましくは約5～30℃、そしてより好ましくは約8～25℃だけ低い温度で混合することが好ましい。例えば、融点が約88℃、Mwが約500、そして重量平均粒子サイズが約20  $\mu\text{m}$ であるポリエチレンを用いて、そのポリエチレンと金属をベースとする粉末及び合金用粉末とを、約65℃で混合した場合に有利な性質が得られることが見出された。

#### 【0040】

金属をベースとする粉末を最初に合金用粉末と周囲条件で又は高温の混合温度で混合して均一混合物を形成することができる。次いで、結合剤を、部分的に又は完全に加熱して、粉末混合物の温度を、金属をベースとする粉末及び合金用粉末の全部又は大部分を接触させるのに十分な時間、所望のレベルに維持することができる適切な容器中で、金属をベースとする粉末及び合金用粉末と混合することができる。結合剤の混合は、均一混合物が得られるまで継続することが好ましい。或いはまた、結合剤を最初に金属をベースとする粉末及び合金用粉末と混合することもでき、次いでこの混合物を適切に選択された混合温度に加熱し、そしてその温度又は温度範囲で均一混合物が得られるまで混合を行う。いずれの方法においても、次いで混合した組成物を、場合によっては断続的に又は継続的に混合しながら、周囲温度に冷却する。

#### 【0041】

冶金用組成物（金属をベースとする粉末及び合金用粉末をその他の潤滑剤等と共に含有している）中の結合剤の濃度は、約0.05～約2重量%、好ましくは約0.25～約1.5重量%、そしてより好ましくは約0.5～約1重量%である。結合剤の濃度がこの水準より低いと、合金用粉末と金属をベースとする粉末の間の有効な結合が得られず、そして結合剤の濃度がこの水準より高いと、一般

的に、未焼結密度及び強度特性が低下する。

#### 【0042】

結合剤の冶金用組成物への混入に続いて、そして好ましくは組成物がある程度、典型的には少なくとも結合剤の融点未満に、そして好ましくは約65℃未満に、より好ましくは約50℃未満に、そしてより好ましくは約40℃未満に冷却された後に、そして通常は組成物が室温になったときに、通常の潤滑剤を、任意成分として、添加し、均一な組成物が得られるまで混合することができる。添加する潤滑剤の量は、最終的な冶金用組成物の約0.01～約2重量%、好ましくは約0.05～約1重量%である。典型的な潤滑剤の例として、Witco Corp. から市販されているステアリン酸リチウム、亜鉛、マンガン、及びカルシウムのようなステアリン酸塩化合物；エチレンビスステアルアミド及びShamrock Technologies, Inc. から市販されているポリオレフィンのようなワックス；Alcan Powders & PigmentsからFerrolube Mとして市販されているステアリン酸亜鉛とリチウムの混合物、及びWitco ZB-90ステアリン酸金属のようなエチレンビスステアルアミドとステアリン酸金属との混合物；並びにGlyco Chemical Companyから入手できる「ACRAWAX」又は「PM100」のような合成ワックスを挙げることができる。

#### 【0043】

上記した冶金用粉末組成物を、次いで、通常の方法に従って金型中で圧縮成形して金属部品を製造する。次いで得られた未焼結の圧縮成型品を、通常の方法に従って焼結する。

#### 【0044】

##### 【実施例】

以下の実施例は、それは本発明を限定するものではないが、本発明のいくつかの態様と優位性を呈示する。別に示さなければいずれの%も重量基準である。

#### 【0045】

各々の実施例（実施例1における対照用組成物を除く）において、冶金用組成物は、先ず鉄を基とする粉末（Hoeganaes Corporationか

らのANCORSTEEL1000B)を合金用粉末と混合し、そして次にこの混合物を約200°F(93℃)の温度に加熱することによって製造した。次いでこの加熱された混合物を試験温度に加熱された混合容器に仕込み、組成物が試験温度に到達するまで混合を行った。次いで、結合剤を混合容器に添加し、そして均一混合物が得られるまで連続混合を行った。次いで混合された組成物を周囲温度にまで、冷却操作の効率を上げるために断続的に混合しながら冷却した。

#### 【0046】

使用した合金用粉末は、黒鉛粉末(Asburyグレード3203)2~6 $\mu$ m及びニッケル粉末(International Nickel Inc., グレードINCO123)であった。

#### 【0047】

次いで組成物を、金型中で、平方インチ当たり50トン(tsi)の圧力及び金型及び粉末温度約145°F(63℃)で圧縮成形して未焼結バー(bar)を製造した。

#### 【0048】

冶金用組成物並びに未焼結及び焼結したバー(bar)の物性を、概して以下の試験方法及び処方に従って測定した。

性質	試験方法
見掛け密度(g/cc)	ASTMB212-76
流動性(sec/50g)	ASTMB213-77
未焼結密度(g/cc)	ASTMB331-76
未焼結強度(psi)	ASTMB312-76

未焼結体膨張

$$G. E. (\%) = \frac{100}{\text{金型長さ}} [(\text{未焼結バーの長さ}) - (\text{金型長さ})]$$

金型長さ

ストリップ(strip)圧は、圧縮成形された部品の金型からの排出(ejection)を開始するために克服しなければならない静摩擦を測定する。ストリップ圧は、排出を開始するために必要とした荷重を、金型表面と接触している部品の断面積で除した商として計算され、psiの単位で報告される。

## 【0049】

スライド(slide) 圧は、部品の金型キャビティからの排出を継続するために克服しなければならない動摩擦の指標であり、それは部品が圧縮成形された場所から金型の口までの距離を移動する際に測定される平均荷重を部品の表面積で除した商として計算され、p s i の単位で報告される。

## 【0050】

冶金用組成物試料の耐粉塵性は、米国特許第5, 368, 630号に記載された試験方法を用いて測定した。この特許全体は、引用することにより本明細書に組み込まれるものとする。混合物の耐粉塵性は、その混合物を、一定の窒素流で洗うことによって試験した。試験装置は、窒素の流れを受け入れるための側口を備えた2リットルエルレンマイヤーフラスコ上に、円筒状のガラス管を垂直に取り付けた装置であった。そのガラス管（長さ17.5cm、内径2.5cm）には、400メッシュの網目板が、フラスコの口から約2.5cm上方の位置に取り付けてあった。混合物の試験用試料（20～25g）を網目板の上に置きそして窒素を1分間当たり2リットルの速度で15分間管を通過させた。試験の完了時に混合物を分析して混合物中に残っている合金用粉末の相対量（試験前の合金用粉末濃度の%として表す）を求めた。その量は、ダスティング(dusting)及び／又は偏析による合金用粉末の損失に対するその組成物の耐性を表す指標である。

## 【0051】

## 実施例 1

以下の実施例は、結合剤ポリエチレンを金属をベースとする粉末及び合金用粉末にコーティングする際の温度が金属をベースとする粉末と合金用粉末の間の結合の有効性にとって重要であることを具体的に示している。

## 【0052】

この実施例においては、冶金用組成物を、金属をベースとする粉末としてのA N C O R S T E E L 1 0 0 0 B 9 6. 2 5 %、合金用粉末としてのニッケル粉末2%及び黒鉛粉末1%、並びに、Mnが約500であり、融点が190°F（88℃）のポリエチレン結合剤であるP o l y w a x 5 0 0 0. 7 5 %で構成し

た。試験に使用したPolywax 500は、重量平均粒子サイズが約 $20\mu\text{m}$ であった。この粒子サイズ分布は、平均粒子サイズが $2\text{mm}$ のPolywax 500製品を取得し、その高分子を噴霧法で微粒子化することによって得られた。

【0053】

「結合された」組成物は、混合温度を $150^{\circ}\text{F}$  ( $65^{\circ}\text{C}$ )として上記の一般的な実施例手順に従って製造し、そして「対照実験」組成物は、組成物の成分を室温で一緒に混合することによって製造した。対照実験試料の見掛けの密度は $3.03\text{g/cc}$ であり、結合された試料では $2.83\text{g/cc}$ であった。どちらの試料も流動性を示さなかった。

【0054】

表1に、上記の2種の試料に関して、耐粉塵性、即ち、ポリエチレン結合剤の結合効率、圧縮成型品の未焼結特性及び金型排出力値を示す。組成物とポリエチレン結合剤とを約 $150^{\circ}\text{F}$  ( $65^{\circ}\text{C}$ )の温度で混合すると、組成物の耐粉塵性が著しく向上しそして圧縮成型品の未焼結強度が上昇した。未焼結密度もまた増大し、このことは、より高温の混合温度でコーティングしたポリエチレン結合剤が、圧縮成型中に組成物に対してある内部潤滑作用を持つことを示した。

【0055】

【表1】



表1

	試験組成物	
	対照実験	結合された組成物
未焼結特性		
未焼結密度 (g/cm <sup>3</sup> )	7.15	7.20
未焼結強度 (psi)	2609	3300
未焼結膨張 (%)	0.14	0.15
排出性能		
ストリップ圧 (psi)	4100	3700
スライド圧 (psi)	1700	1400
耐粉じん性		
% C	65.6	94.0
% Ni	24.7	67.6

## 【0056】

## 実施例 2

上記の一般的な実施例手順に従って結合剤と金属をベースとする粉末及び合金用粉末とを乾式混合して製造した数種の冶金用組成物において、種々の量の、実施例1で使用したポリエチレン結合剤を使用して、耐粉塵性効果を調べた。試験組成物は、合金用粉末としてニッケル2%及び黒鉛1%を含有していた。各々の組成物は、ポリエチレン (Polywax 500) 0.5%、0.75%又は1%を含有し、組成物の残りは、鉄を基とする粉末、HoeganaesのANCOR STEEL 1000Bであった。ポリエチレンと粉末冶金用組成物のその他の成分との混合工程の試験温度は、150°F (65°C)であった。試料の見掛けの密度は、0.5%、0.75%及び1%試験試料に対し、それぞれ2.92、2.83及び2.89であった。全ての試料が流動性を示さなかった。

## 【0057】

表2に、上記3種の組成物に関して、耐粉塵性、即ち、種々の量のポリエチレン結合剤の結合効率、圧縮成型品の未焼結特性及び金型排出力値を示す。ポリエ

チレンの濃度が増大すると、より優れた耐粉塵性とより低い金型排出力値が得られたが、一方、未焼結品の密度と強度は低下することが分かった。

【0058】

【表2】

表2

	試験組成物		
	0.5% 結合剤	0.75% 結合剤	1.0% 結合剤
未焼結特性			
未焼結密度 (g/cm <sup>3</sup> )	7.25	7.20	7.14
未焼結強度 (psi)	3700	3300	3200
未焼結膨張 (%)	0.16	0.15	0.19
排出性能			
ストリップ圧 (psi)	4900	3700	3600
スライド圧 (psi)	1900	1400	1300
耐粉じん性			
% C	90.0	94.0	98.0
% Ni	40.2	67.6	73.1

【0059】

実施例 3

ポリエチレン結合剤と鉄を基とする粉末及び合金用粉末との混合を、実施例1に記載の結合剤を用いて、種々な温度で行った。試験組成物は、合金用粉末としてニッケル2%及び黒鉛1%を、ANCORSTEEL1000B鉄を基とする粉末96.25%及びポリエチレン0.75%と組み合わせて含有していた。混合粉末組成物のバルク温度についての試験混合温度は、100°F (38℃)、150°F (65℃)、170°F (77℃) 及び220°F (104℃) であった。

【0060】

150°Fと170°Fで混合する試験組成物は、上に概略記載した一般的手順に従って製造した。100°Fで混合する試験組成物は、先ず鉄を基とする粉

末を合金用粉末と混合し、そして100°Fに維持された容器中で混合し、続いて100°Fの混合温度でポリエチレンを添加することによって製造した。220°Fで混合する試験組成物は、先ず鉄を基とする粉末と合金用粉末を200°Fに加熱し、次いで200°Fに維持された容器中で混合し、続いて220°Fの混合温度でポリエチレンを添加することによって製造した。試料の見掛けの密度は、100°F、150°F、170°F及び220°F試験試料に対し、それぞれ2.88、2.83、2.90及び2.92であった。全ての試料が流動性を示さなかった。

【0061】

表3に、上記4種の組成物に関して、耐粉塵性、即ち、ポリエチレンの種々の混合温度における結合剤の結合効率、圧縮成型品の未焼結特性及び金型排出力値を示す。ポリエチレンは、混合温度が約150°Fになって初めて結合効果を示すことが見出された。より高い混合温度では、ポリエチレンの内部及び外部潤滑効果が減少し、その結果、未焼結密度が小さくなり、排出圧が増大した。

【0062】

【表3】

表3

	試験組成物-混合温度			
	100°F	150°F	170°F	220°F
未焼結特性				
未焼結密度 (g/cm <sup>3</sup> )	7.16	7.20	7.18	7.17
未焼結強度 (psi)	2900	3300	3100	3600
未焼結膨張 (%)	0.21	0.15	0.19	0.19
排出性能				
ストリップ圧 (psi)	3800	3700	4100	4300
スライド圧 (psi)	1500	1400	1500	1500
耐粉じん性				
% C	47	94.0	98	98
% Ni	24	68	75	78

## 【0063】

## 実施例 4

Petroliteから入手したPolywax 500を200°Fで溶融し、そして標準の溶融噴霧装置で、空気圧30psi及び100psiでそして時間当たり50ポンドの速度で微粒子化する。得られた平均粒子サイズ50ミクロンの材料をそれ以上篩にかけたり加工したりすることなく使用する。Polywax 500結合剤10gを、Tsumura バスソルト（直径約0.5cm）に、Clariantから入手した銅フタロシアニン顔料2.5gと共に添加し、1クォートのPKBlender中で150°Fで30分間混合した。冷却後、回転させて、コーティングされ冷却された生成物をBlenderから取り出した。ソルトは均一にコーティングされていて、結合剤及び顔料が中核の塩粒子に良好に付着していた。もう一つの実験においては、小さいバスソルト、Tsumura Sea Pouri Salt Base、直径約1000ミクロン、をPolywax 500 11g及びClariantから入手した銅フタロシアニン顔料2.75gで、上に列挙したのと同じ条件でコーティングを行い、

同様なコーティング及び付着結果を得た。

#### 【0064】

##### 実施例 5

実施例4で製造したPolywax500を用いて、ガラスビーズを種々の顔料でコーティングした。そのガラスビーズ、Glass Spheres-Series A、は、Potter Industries, Caristadt NJから入手したもので、直径約1000ミクロンである。3種の顔料、Engelhard Cleveland, Ohioから入手したDianisidine Orange 2915、Daicolor-Pope Clifton, New Jerseyから入手したTitaniamt-100-HD又はClariantから入手した銅フタロシアニンに対するコーティング手順は、ガラスビーズ681g、結合剤6.8g、及び顔料6.9gを、Patterson-Kellyから入手した2クォートのVeeBlenderに添加し、回転しながら160°Fで30分間加熱し、次いで30分間回転しながら冷却することであった。得られた生成物は良好な付着状態で均一にコーティングされていた。これらの材料を用いた第二シリーズの実験では、顔料36gを用いてコーティングを行った。最終生成物は、色がより濃厚であったが、同様なコーティングの均一性と付着状態が得られた。

#### 【0065】

##### 実施例 6

UniminのOttawaプラントから得られた砂、Minisphere s4900及びGranusil 4030を、1立方フィートのPatterson-KellyVeeBlender中で、Polywax500を用いて、回転しながら150°Fで2時間コーティングを行い、そして回転しながら1時間冷却した。得られた材料は均一にコーティングされていて、水中に入れて疎水性の試験を行った。濡れは全く観測されなかったし、コーティングは1週間水没させた後も安定であるように見えた。その試料は、良好なバクテリア排除性を有する水濾過装置において使用された。

## 【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International application No. PCT/US98/19200
<b>A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER</b> IPC(6) :C08K 9/10; C08L 91/06; B22F 1/02; B03D 7/14; B32B 15/08 US CL :Please See Extra Sheet. According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
<b>B. FIELDS SEARCHED</b> Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) U.S. : 106/272, 270, 271; 419/35, 36, 37; 428/407, 570; 523/205; 427/216, 221 Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)		
<b>C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT</b>		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 5,554,338 A (SUGIHARA et al.) 10 September 1996. See entire document.	1-23
X	US 5,298,055 A (SEMEL et al.) 29 March 1994. See entire document.	1,2,9,12, 20, 22
X	US 4,946,499 A (SAKURANDA et al.) 07 August 1990. See entire document.	1,2,4, 3,8,9,10, 12, 17
X	US 101,869 A (GWYNN) 12 April 1870. See entire document.	1,2,8,10, 12, 17
X	US 2,415,036 A (QUINN) 13 October 1944. See entire document.	1,2,8,10, 12, 17
X	US 3,691,130 A (LOGVINENKO) 12 September 1972. See entire document.	1,2,8,10, 12, 17
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input type="checkbox"/> See patent family annex.		
* "A"	Special importance of cited documents: document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"T" later documents published after the international filing date or priority date and not so considered with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"B"	earlier document published on or after the international filing date	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"L"	document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"C"	document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	"A" document member of the same patent family
"P"	document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	
Date of the actual completion of the international search 05 NOVEMBER 1998		Date of mailing of the international search report 14 DEC 1998
Name and mailing address of the ISA/US Commissioner of Patents and Trademarks Box PCT Washington, D.C. 20231 Facsimile No. (703) 305-3230		Authorized officer PETER SZERBLY Telephone No. (703) 305-0661

Form PCT/ISA/210 (second sheet)(July 1992)\*

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.  
PCT/US98/19200

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 1-294,783 A (DOWA MINING CO. LTD) 28 November 1989. See Abstract.	1,2,8
X	US 2,097,671 A (KOEHRING) 02 November 1937. See entire document.	1,9
X	US 3,453,105 A (FLAKS et al.) 01 July 1969. See entire document.	1,9,16,17, 20
X	US 3,929,476 A (KIRBY, JR. et al.) 30 December 1975. See entire document.	1,2,9,10, 16,17,20, 21
Y	US 4,282,174 A (CHASE et al.) 04 August 1981. See entire document.	1,9,17
Y	US 4,478,790 A (HUTHER et al.) 23 October 1984. See entire document.	1,9,17,20
Y	US 4,608,317 A (KOBAYASHI et al.) 26 August 1986. See entire document.	1,9,17,20
Y	US 5,009,841 A (BLOEMACHER et al.) 23 April 1991. See entire document.	1,3-9, 11-20, 22,23
Y	US 5,147,601 A (OHTSUKA et al.) 15 September 1992. See entire document.	1-23
X	US 5,429,792 A (LUK) 04 July 1995. See entire document.	1,9,20
Y	US 3,961,106 A (HEYTMIJER et al.) 01 June 1976. See entire document.	24-26
Y	US 5,603,987 A (LISENKO) 18 February 1997. See entire document.	24, 26, 27
Y	US 5,055,128 A (KIYOTA et al.) 08 October 1991. See entire document.	1-23
Y	US 3,993,838 A (HEYTMIJER et al.) 23 November 1976. See entire document.	24, 26, 27

Form PCT/ISA/210 (continuation of second sheet)(July 1992)\*

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.  
PCT/US98/19200

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER:  
US CL :

106/272, 270, 271; 419/35, 36, 37; 428/407, 570; 523/205; 427/216, 221

Form PCT/ISA/210 (extra sheet)(July 1992)\*



## フロントページの続き

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テーマコード (参考)
C O 8 L 101/00		C O 8 L 101/00	
(72) 発明者	リュク, シドニー		
	アメリカ合衆国ペンシルベニア州19444ラ ファイエットヒル・リτζジバイク250・ビ ー350		
F ターム (参考)	4D075 AB01 AB39 AB54 CA09 CA48 DA11 DB01 DB02 DB05 DB06 DB07 DB11 DB13 DB14 DB31 DB70 DC16 EA02 EA37 EB07 EB13 EB33 EB35 EB38 EB52 EB53 EB56 EB57 EC07 EC53 EC54 4F100 AB01A AB31A AH02B AH03B AJ11B AK04B AK41B AK51B AK53B AT00A BA02 BA10B DD32 DE01 EC032 EH612 GB90 JA04B JA07B YY00A YY00B 4J002 AE031 AE051 BB031 CD001 CF001 CK021 DA017 DA027 DA047 DA057 DA066 DA077 DA086 DA087 DA097 DA117 DB017 DC006 DC007 DG027 DJ007 FA081 FA086 FA087 GT00 4K018 BA14 BB04 BC12 BC30 CA09		